

PCT

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

(article 18 et règles 43 et 44 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire PCT141	POUR SUITE voir la notification de transmission du rapport de recherche internationale (formulaire PCT/ISA/220) et, le cas échéant, le point 5 ci-après A DONNER	
Demande internationale n° PCT/FR 99/ 02455	Date du dépôt international (jour/mois/année) 12/10/1999	(Date de priorité (la plus ancienne) (jour/mois/année) 12/10/1998
Déposant ARJO WIGGINS S.A. et al.		

Le présent rapport de recherche internationale, établi par l'administration chargée de la recherche internationale, est transmis au déposant conformément à l'article 18. Une copie en est transmise au Bureau international.

Ce rapport de recherche internationale comprend 3 feuilles.



Il est aussi accompagné d'une copie de chaque document relatif à l'état de la technique qui y est cité.

1. Base du rapport

a. En ce qui concerne la **langue**, la recherche internationale a été effectuée sur la base de la demande internationale dans la langue dans laquelle elle a été déposée, sauf indication contraire donnée sous le même point.



la recherche internationale a été effectuée sur la base d'une traduction de la demande internationale remise à l'administration.

b. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), la recherche internationale a été effectuée sur la base du listage des séquences :



contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.



déposée avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.



remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.



remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.



La déclaration, selon laquelle le listage des séquences présenté par écrit et fourni ultérieurement ne vas pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.



La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous forme déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences présenté par écrit, a été fournie.

2. ☐ Il a été estimé que certaines revendications ne pouvaient pas faire l'objet d'une recherche (voir le cadre I).

3. ☐ Il y a absence d'unité de l'invention (voir le cadre II).

4. En ce qui concerne le **titre**,



le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant.



Le texte a été établi par l'administration et a la teneur suivante:

5. En ce qui concerne l'**abrégi**,



le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant



le texte (reproduit dans le cadre III) a été établi par l'administration conformément à la règle 38.2b). Le déposant peut présenter des observations à l'administration dans un délai d'un mois à compter de la date d'expédition du présent rapport de recherche internationale.

6. La figure des **dessins** à publier avec l'abrégi est la Figure n°



suggérée par le déposant.



parce que le déposant n'a pas suggéré de figure.



parce que cette figure caractérise mieux l'invention.



Aucune des figures n'est à publier.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PC/FR 99/02455

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B32B/04 A61B19/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B32B A61B B65D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4 724 961 A (SHIMOYAMADA MASAHIRO ET AL) 16 February 1988 (1988-02-16) claims 1,4 column 1, line 17 - line 31 column 4, line 3 - line 25 column 4, line 61 - line 63 column 5, line 8 - line 11 column 6, line 13 - line 30 ---	1-23
A	US 5 730 530 A (STODDARD CHARLES D ET AL) 24 March 1998 (1998-03-24) column 3, line 43 - column 4, line 3 --- -/--	1-23

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

15 November 1999

Date of mailing of the international search report

24/11/1999

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Girard, S

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PC./FR 99/02455

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>DATABASE WPI Section Ch, Week 9005 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A18, AN 90-035009 XP002112231 & JP 01 314773 A (ASAHI CHEM IND CO LTD), 19 December 1989 (1989-12-19) abstract</p>	1-23
A	<p>WO 96 16562 A (LANGLEY JOHN D ;HINKLE BARRY SCOTT (US)) 6 June 1996 (1996-06-06) claim 1 page 8, line 9 -page 9, line 17 page 18, line 3 -page 19, line 23</p>	1-23

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PC 1 / FR 99/02455

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4724961 A	16-02-1988	JP 1914378 C JP 6031107 B JP 59221255 A AT 35959 T DE 3472936 A EP 0127466 A	23-03-1995 27-04-1994 12-12-1984 15-08-1988 01-09-1988 05-12-1984
US 5730530 A	24-03-1998	US 5222600 A AU 678167 B AU 4655293 A CA 2141186 A EP 0656862 A WO 9402382 A	29-06-1993 22-05-1997 14-02-1994 03-02-1994 14-06-1995 03-02-1994
JP 1314773 A	19-12-1989	NONE	
WO 9616562 A	06-06-1996	AU 4409696 A EP 0797395 A US 5728451 A	19-06-1996 01-10-1997 17-03-1998



100

100

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 B32B7/04 A61B19/02

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 B32B A61B B65D

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 4 724 961 A (SHIMOYAMADA MASAHIRO ET AL) 16 février 1988 (1988-02-16) revendications 1,4 colonne 1, ligne 17 - ligne 31 colonne 4, ligne 3 - ligne 25 colonne 4, ligne 61 - ligne 63 colonne 5, ligne 8 - ligne 11 colonne 6, ligne 13 - ligne 30	1-23
A	US 5 730 530 A (STODDARD CHARLES D ET AL) 24 mars 1998 (1998-03-24) colonne 3, ligne 43 - colonne 4, ligne 3 -/-	1-23

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
 "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
 "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
 "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
 "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
 "X" document particulièrement pertinent: l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
 "Y" document particulièrement pertinent: l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
 "&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

15 novembre 1999

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

24/11/1999

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
 Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Girard, S

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 9005 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A18, AN 90-035009 XP002112231 & JP 01 314773 A (ASAHI CHEM IND CO LTD), 19 décembre 1989 (1989-12-19) abrégé	1-23
A	WO 96 16562 A (LANGLEY JOHN D ; HINKLE BARRY SCOTT (US)) 6 juin 1996 (1996-06-06) revendication 1 page 8, ligne 9 -page 9, ligne 17 page 18, ligne 3 -page 19, ligne 23	1-23



6. 2. 1979

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4724961	A	16-02-1988	JP 1914378 C	23-03-1995
			JP 6031107 B	27-04-1994
			JP 59221255 A	12-12-1984
			AT 35959 T	15-08-1988
			DE 3472936 A	01-09-1988
			EP 0127466 A	05-12-1984
US 5730530	A	24-03-1998	US 5222600 A	29-06-1993
			AU 678167 B	22-05-1997
			AU 4655293 A	14-02-1994
			CA 2141186 A	03-02-1994
			EP 0656862 A	14-06-1995
			WO 9402382 A	03-02-1994
JP 1314773	A	19-12-1989	AUCUN	
WO 9616562	A	06-06-1996	AU 4409696 A	19-06-1996
			EP 0797395 A	01-10-1997
			US 5728451 A	17-03-1998



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁷ : B32B 7/04, A61B 19/02	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 00/21745 (43) Date de publication internationale: 20 avril 2000 (20.04.00)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR99/02455 (22) Date de dépôt international: 12 octobre 1999 (12.10.99) (30) Données relatives à la priorité: 98/12753 12 octobre 1998 (12.10.98) FR (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): ARJO WIGGINS S.A. [FR/FR]; 117, Quai du Président Roosevelt, F-92130 Issy-les-Moulineaux (FR). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): HERVE, Philippe [FR/FR]; Can Bialou, Chemin de Las Quintanes, F-66400 Reynes (FR). PARIS-JOLLY, Agnès [FR/FR]; 324, rue Maréchal Leclerc, F-38340 Voreppe (FR). (74) Mandataire: CARRE, Claudine; Arjo Wiggins S.A., 117, quai du Président Roosevelt, F-92442 Issy-les-Moulineaux Cedex (FR).		(81) Etats désignés: AU, CA, JP, US, brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i>
(54) Title: SEALABLE STERILISING PACKAGING MATERIAL (54) Titre: MATERIAU D'EMBALLAGE DE STERILISATION SCELLABLE (57) Abstract <p>The invention concerns a sealable sterilising material for packaging medical devices requiring sterilisation, having an average burst strength not less than 200 kPa measured according to ISO 2758 standard, an average tear strength not less than 300 mN measured according to the European standard 21974, an average impact strength not less than 0.4J measured according to the ASTM standard and a bacterial filtering efficiency (BFE) not less than 85 %, with a basic weight ranging between 40 and 250 g/m², preferably between 90 and 250 g/m², measured according to the ISO 536 standard, and comprising at least two sterilising packaging sheets (F1) and (F2), one of them at least being sealable directly or after being coated with a sealing product, said sheets being bound irreversibly together by one of their surfaces. The invention also concerns a package comprising said material.</p> (57) Abrégé <p>La présente invention concerne un matériau d'emballage de stérilisation scellable pour les dispositifs médicaux devant être stérilisés, ayant une résistance moyenne à l'éclatement supérieure ou égale à 200 kPa mesurée selon la norme ISO 2758, une résistance moyenne à la déchirure supérieure ou égale à 300 mN mesurée selon la norme européenne EN 21974, une résistance moyenne à l'impact mesurée selon la norme ASTM supérieure ou égale à 0,4J et une efficacité en filtration bactérienne BFE supérieure ou égale à 85 %, ayant un grammage compris entre 40 et 250 g/m², de préférence entre 90 et 250 g/m², mesuré selon la norme ISO 536, et qui comporte au moins deux feuilles d'emballage de stérilisation (F1) et (F2), l'une au moins étant scellable directement ou après enduction d'un produit scellant, lesdites feuilles étant liées entre elles par l'une de leur faces de façon non réversible. Elle concerne aussi un emballage comportant ledit matériau.</p>		

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Brésil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

MATERIAU D'EMBALLAGE DE STERILISATION SCELLABLE

La présente invention concerne un matériau d'emballage de stérilisation scellable pour les dispositifs médicaux devant être stérilisés, ainsi que l'emballage de stérilisation
5 lui-même.

On connaît déjà des emballages de stérilisation scellables pour des dispositifs médicaux devant être stérilisés, notamment d'instruments ou de matériels ré-utilisables, comme par exemples les sondes, scalpels, pinces, ciseaux, aiguilles.

En effet, pour stériliser les dispositifs médicaux, on peut utiliser un emballage de
10 stérilisation scellable à chaud et/ou sous pression qui peut être un emballage souple ou semi-rigide sous forme d'un sachet, d'une pochette, d'une gaine ou d'un blister ou encore un emballage rigide.

L'emballage rigide est un container constitué d'un récipient en général en plastique et thermoformé qui contiendra les dispositifs médicaux à stériliser puis qui sera fermé par
15 un opercule qui peut être une feuille de papier barrière aux micro-organismes et scellable. Cette feuille est une feuille barrière semblable à celle utilisée pour l'autre type d'emballage décrit ci-après.

L'emballage souple ou semi-rigide sous forme d'un sachet, d'une pochette, d'une gaine ou d'un blister est un emballage constitué d'une partie (1) qui peut être en matière
20 synthétique et d'une feuille de papier (2) ayant une perméabilité spécifique, scellées entre elles sur un certain périmètre selon la forme voulue pour l'emballage, une ouverture plus ou moins grande étant laissée afin de pouvoir introduire les objets. Les objets à stériliser sont placés à l'intérieur de l'emballage puis on scelle complètement ledit emballage. La partie (1) en matière synthétique peut être un film thermoplastique comme le
25 polyéthylène ou le polypropylène. Ce film est en général imperméable aux gaz et à la vapeur d'eau et de plus transparent afin de voir le contenu de l'emballage. A la place du film plastique, on peut utiliser aussi une feuille semblable à la feuille de papier (2) qui a une perméabilité spécifique ou une feuille de papier enduite d'un produit scellant comme une couche de polyéthylène extrudé ou du poly (acétate de vinyle).
30 Dans le cas d'un blister on utilise un film plastique souple qui est thermoformé selon la forme du dispositif à emballer.

La feuille de papier (2) a une perméabilité spécifique qui la rend barrière aux micro-organismes mais qui permet de laisser passer les agents stérilisants afin de réaliser la

stérilisation de l'emballage fermé et de son contenu par des méthodes de stérilisation utilisant comme agents stérilisants la vapeur d'eau ou des gaz stérilisants comme l'oxyde d'éthylène. L'emballage peut aussi être stérilisé par des rayonnements ionisants comme les rayonnements gamma ou bêta.

- 5 Ces emballages offrent avantageusement la possibilité d'emballer individuellement les objets et de n'être ouverts si nécessaire qu'au moment de l'utilisation de l'objet stérilisé. Ils permettent donc un stockage des objets stérilisés dans de bonnes conditions de stérilité.

De façon plus détaillée, la feuille de papier (2) utilisable pour former ces emballages est obtenue par voie humide selon un procédé papetier par égouttage d'une
10 suspension aqueuse de fibres de cellulose comportant en général un agent de résistance humide. De plus un agent de cohésion peut être introduit soit en masse dans la suspension aqueuse des fibres, soit par un traitement en surface de la feuille humide, pour renforcer mécaniquement la feuille. Par ailleurs un agent de collage peut être introduit aussi soit en
15 masse dans la suspension aqueuse des fibres, soit par un traitement en surface de la feuille humide, afin de diminuer l'absorption de l'eau par la feuille. Ensuite on sèche la feuille.

Cette feuille peut être enduite sur l'une de ses faces, uniformément, d'une couche continue ou selon des motifs notamment de grilles ou de zones, d'un adhésif scellant à chaud et/ou sous pression. Ensuite elle est scellée contre un film plastique ou une autre
20 feuille de papier barrière aux micro-organismes, sur un certain périmètre selon la forme voulue pour l'emballage tout en laissant une ouverture. Dans certains cas la feuille de papier n'est pas enduite d'un tel adhésif, car grâce à sa composition comprenant un composé ayant des propriétés thermoscellantes comme l'amidon par exemple ou encore un polymère thermoplastique sous forme de fibres ou introduit sous forme d'une émulsion aqueuse stable (latex), elle peut être thermoscellée directement contre un film
25 thermoplastique.

Les emballages sont découpés au format adéquat.

La perméabilité spécifique de ces feuilles de papier est obtenue par un choix des pâtes cellulosiques, comprenant en général entre 0 et 70 % en poids de fibres courtes et le complément à 100 en fibres longues, de leur raffinage (non raffinées à un raffinage de 40
30 degrés Schoepper-Riegler) et par des réglages sur la machine à papier connus de l'homme du métier. L'enchevêtrement des fibres de la feuille permet d'avoir un compromis entre la porosité de la feuille et le diamètre des pores qui crée cette perméabilité spécifique nécessaire et un chemin tortueux pour ne laisser pénétrer les molécules de vapeur d'eau ou

de gaz stérilisants sans laisser traverser les poussières porteuses de bactéries ou autres micro-organismes. Dans le domaine des emballages de stérilisation scellables, on recommande une moyenne du diamètre de pores équivalent ne dépassant pas 35 μm et qu'aucune valeur individuelle de diamètre ne dépasse 50 μm , selon la norme BS

5 3321 :1986.

Dans la demande de brevet anglais GB 1559843, on a décrit un sachet de stérilisation formé d'un côté d'un film thermoplastique imperméable (1) et de l'autre côté d'un complexe (3) feuille de papier/film thermoplastique imperméable scellé à une feuille de papier (2) barrière aux bactéries et perméable aux agents stérilisants (gaz ou vapeur d'eau), le complexe étant d'une longueur inférieure aux autres constituants de façon à ce que les agents stérilisants puissent pénétrer dans la zone de la feuille (2) restant perméable. La constitution de cet emballage a pour but de protéger les objets stérilisés lors de l'ouverture du sachet. Il empêche en particulier que des particules qui pourraient être arrachées de la feuille de papier (2) lors de l'ouverture, se déposent sur les objets. Il présente cependant l'inconvénient d'être peu pratique dans sa fabrication car il faut assembler des feuilles de longueur différentes et les agents stérilisants ne peuvent pénétrer que sur une zone réduite, ce qui peut être préjudiciable à une bonne stérilisation.

Par ailleurs on connaît des feuilles pour des emballages de stérilisation scellables à base de fibres uniquement de cellulose (sans fibres synthétiques) qui sont fabriquées et commercialisées par ARJO WIGGINS sous les marques ETHYPEL ® et PROPYPEL ® en Europe. Ces feuilles ont une barrière bactérienne élevée mais ont une résistance mécanique qui peut s'avérer insuffisante même si elles ont été traitées en surface par agent renforçant comme l'amidon, le polyalcool de vinyle ou un latex acrylique, lorsque l'on souhaite emballer des objets lourds ou contondants.

On a alors proposé des feuilles papetières renforcées par des fibres synthétiques en mélange avec les fibres de cellulose. Par exemple de telles feuilles comportant des fibres synthétiques de polyester sont vendues par ARJO WIGGINS sous la marque STERISHEET ® en Europe. A grammage équivalent, ces feuilles dites renforcées ont une résistance mécanique supérieure aux feuilles purement cellulosiques mais en revanche leur barrière bactérienne est un peu moins élevée.

On a proposé aussi d'autres feuilles d'emballage de stérilisation qui sont des feuilles de non-tissés obtenus par voie sèche et ne comportant que des fibres synthétiques liées à chaud. Par exemple de telles feuilles en fibres de polyéthylène sont commercialisées

sous la marque TYVEK ® par la société Du Pont de Nemours. Ces feuilles présentent une grande résistance mécanique. Cependant un inconvénient de ces feuilles est que leur épaisseur est très hétérogène, c'est-à-dire que la répartition des fibres est très irrégulière et donc que la perméabilité de la feuille n'est pas uniforme. Ainsi, à certains endroits, la feuille peut
5 présenter des pores de diamètre trop important.

Ces feuilles purement synthétiques ont de plus l'inconvénient d'avoir des temps de biodégradabilité extrêmement longs. Par ailleurs elles sont plus coûteuses.

On recherche donc à ce qu'une feuille d'emballage de stérilisation présente simultanément et obligatoirement plusieurs propriétés.

10 L'une des propriétés est que la feuille doit être résistante à la déchirure. En effet, comme elle est destinée à faire des emballages qui vont contenir des objets qui peuvent être lourds ou contondants, elle risque d'être déchirée ou transpercée par ces objets lors de la manipulation desdits emballages. Dans le cas d'un emballage de stérilisation scellable, on recherche une résistance moyenne à la déchirure supérieure à 300 mN mesurée selon la
15 norme européenne EN 21974.

Une autre propriété mécanique est que la feuille doit être résistante à l'éclatement. En effet, lors de la stérilisation des emballages, elle peut être soumise à une pression lors de l'injection des gaz stérilisants et à une forte dépression postérieure lors de l'évacuation des gaz qui doit être complète. Dans le cas d'un emballage de stérilisation scellable, on
20 recherche une résistance à l'éclatement supérieure ou égale à 200 kPa mesurée selon la norme ISO 2758.

De plus, une autre propriété mécanique de la feuille est sa résistance à un impact. Dans le cas d'un emballage de stérilisation scellable, on recherche une résistance, caractérisée par sa résistance à l'impact d'un pendule déterminée selon la norme ASTM
25 D3420, qui est supérieure ou égale à 0,40 Joule.

Une autre propriété est que la feuille doit être perméable aux agents stérilisants. En effet, comme décrit précédemment, lorsqu'on a introduit l'objet dans l'emballage, puis que l'on a scellé celui-ci, on soumet l'ensemble à l'action de gaz stérilisants ou de vapeur d'eau. Dans le cas d'un emballage de stérilisation scellable, on recherche une perméabilité
30 à l'air mesurée selon la norme ISO 5636-3, méthode BENDTSEN supérieure à 0,2 $\mu\text{m}/(\text{Pa.s})$.

Cependant une autre propriété est que la feuille doit être barrière aux bactéries ou autres micro-organismes pour maintenir la stérilité de l'emballage c'est-à-dire qu'il ne faut

pas que les micro-organismes puissent pénétrer à l'intérieur de l'emballage après la stérilisation. Il faut donc que la moyenne des diamètres les plus élevés des pores ne soit pas trop importante et qu'il n'y ait pas de pores avec un diamètre trop élevé. Cette propriété barrière peut être caractérisée par l'efficacité en filtration bactérienne, nommée couramment sous les initiales de sa terminologie anglaise BFE (Bacterial Filtration Efficiency) ; elle est exprimée en un pourcentage qui représente le pourcentage de bactéries arrêtées par la feuille. Dans le cas d'un emballage de stérilisation scellable, on recherche une BFE d'au moins 85 %.

Une autre propriété est que cette feuille soit scellable soit par sa composition soit par son aptitude à recevoir une couche scellante.

Une autre propriété recherchée pour ces feuilles est qu'elles permettent une ouverture aseptique de l'emballage après stérilisation. Cette ouverture consiste en ce que, lorsqu'on ouvre l'emballage stérilisé, il n'y ait pas de fibres ou d'autres particules de la feuille qui se détachent et viennent se déposer sur les objets stérilisés. Pour cela l'ouverture de l'emballage doit se faire sans arracher la feuille. On dit que les feuilles sont pelables.

Une autre propriété recherchée pour l'emballage obtenu est que les forces de scellage doivent être suffisantes pour éviter que l'emballage ne s'ouvre malencontreusement.

Donc, plus les dispositifs à stériliser sont lourds, plus la force de scellage de l'emballage doit être importante afin que l'emballage ne s'ouvre pas sous leur poids. Or plus on augmente cette force, plus les risques d'arrachage de la feuille à l'ouverture sont élevées. Il faut donc que la feuille ait aussi une très forte cohésion de surface et/ou interne pour avoir une bonne ouverture aseptique.

Il est donc nécessaire que les feuilles d'emballage de stérilisation soient à la fois résistantes mécaniquement, perméables aux gaz stérilisants et barrières aux micro-organismes.

En augmentant le grammage des feuilles, il est possible d'améliorer certaines de ces caractéristiques sans toutefois obtenir l'ensemble de toutes les caractéristiques recherchées et de plus cela augmente leur coût. Par ailleurs, si on essaie de renforcer la surface des feuilles pour avoir par exemple une plus forte cohésion, en l'imprégnant d'un produit renforçant, on ouvre sa structure et on diminue alors son efficacité en filtration bactérienne. Des essais faits sur la feuille de l'exemple 5 comparatif mentionné plus loin ont montré ce fait.

Le problème est donc de fournir une feuille d'emballage de stérilisation qui présente les propriétés requises exposées ci-avant, en particulier qui présente à la fois une très grande résistance mécanique globale et une haute barrière microbienne, et ce, tout en minimisant son grammage.

5 La Demanderesse a trouvé qu'en liant deux feuilles d'emballage de stérilisation entre elles par l'une de leurs faces de façon non réversible, notamment par contrecollage, on obtient un matériau qui répond au problème car il présente toutes les caractéristiques recherchées et de plus ledit matériau est globalement supérieur à une feuille simple d'emballage de stérilisation qui aurait le même grammage que ledit matériau.

10 Ainsi l'invention fournit un matériau d'emballage de stérilisation scellable pour les dispositifs médicaux devant être stérilisés, ayant une résistance moyenne à l'éclatement supérieure ou égale à 200 kPa mesurée selon la norme ISO 2758, une résistance moyenne à la déchirure supérieure ou égale à 300 mN mesurée selon la norme européenne EN 21974, une résistance moyenne à l'impact mesurée selon la norme ASTM supérieure ou égale à
15 0,4J et une efficacité en filtration bactérienne BFE supérieure ou égale à 85 %, ayant un grammage compris entre 40 et 250 g/m², de préférence entre 70 et 250 g/m², mesuré selon la norme ISO 536, et qui comporte au moins deux feuilles d'emballage de stérilisation scellables (F1) et (F2), dont au moins l'une des feuilles est scellable directement ou après enduction d'un produit scellant, lesdites feuilles étant liées entre elles par l'une de leurs
20 faces de façon non réversible.

On entend par le fait que les deux feuilles sont liées de façon non réversible que les deux feuilles ne peuvent pas être séparées sans que l'une au moins soit déchirée c'est-à-dire que la force de liaison entre les deux feuilles est supérieure à la plus faible des forces de cohésion des feuilles.

25 De préférence, le matériau selon l'invention a une efficacité en filtration bactérienne BFE supérieure ou égale à 90% et encore de préférence à 95 %.

Plus particulièrement l'invention fournit un matériau qui se caractérise par le fait que les deux feuilles d'emballage de stérilisation (F1) et (F2) sont liées par des points de liaison tel que lesdits points de liaison soient sous forme discrète à l'interface de liaison
30 des feuilles.

De préférence le matériau se caractérise par le fait que les points de liaison discrets sont uniformément répartis à l'interface des feuilles.

Les feuilles (F1) et (F2) peuvent être liées par toute technique permettant que le matériau résultant de l'assemblage des feuilles ait une bonne perméabilité aux agents stérilisants et une bonne barrière aux micro-organismes. Par conséquent, il ne faut pas que l'interface des feuilles assemblées soit trop bouchante. Il peut s'agir de toute technique permettant de faire des points de liaison discrets entre les feuilles comme le liage à chaud, par ondes radio hautes fréquences, ultra-sons ou par un moyen de dépôt adapté d'un adhésif ou encore par usage d'un adhésif poreux.

Selon un mode préféré de l'invention, le matériau se caractérise par le fait que les feuilles (F1) et (F2) sont liées par un adhésif.

Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, l'adhésif est déposé par un procédé de couchage par héliogravure à cylindre tramé c'est-à-dire que le cylindre a une trame avec des cellules espacées régulièrement ou selon une grille ou d'autres motifs.

L'adhésif peut être une colle usuellement utilisée dans le domaine du contrecollage papetier comme l'amidon, certains polymères utilisés sous forme d'émulsion aqueuse stable comme en particulier les polyacrylates, les polyuréthanes, les copolymères styrène-butadiène éventuellement carboxylés ; il peut s'agir d'un adhésif sensible à la pression, connu sous la dénomination d'adhésif PSA ou d'un adhésif fusible à chaud comme les adhésifs dits hot-melts.

Ainsi, selon un cas particulier de l'invention, l'adhésif est choisi parmi les adhésifs sensibles à la pression.

Selon un autre cas particulier de l'invention, l'adhésif est choisi parmi les adhésifs fusibles à chaud, dits hot-melts.

Selon un cas particulier de l'invention, l'adhésif est un adhésif autoscellable, en particulier le caoutchouc naturel.

En effet, avantageusement on peut utiliser un adhésif comme le caoutchouc naturel, le polyisoprène cis 1-4, qui a la particularité de ne coller que sur lui-même et donc de pouvoir facilement bobiner des feuilles qui en sont enduites. On peut alors coller ensemble deux feuilles ainsi déjà enduites en ligne sur la machine de fabrication en particulier d'une machine à papier sans avoir à déposer ultérieurement un adhésif, en mettant la face enduite d'une feuille contre la face enduite de l'autre feuille. L'assemblage des feuilles peut se faire sur la machine de fabrication si elle possède l'équipement adéquat.

Selon un cas particulier de l'invention, l'adhésif est un adhésif poreux. Cet adhésif poreux peut être préparé en créant des pores dans un adhésif connu soit par l'action

d'une réaction chimique produisant un gaz et ce avant, pendant, après le dépôt de l'adhésif, soit en injectant un gaz inerte ou de l'air dans l'adhésif avant ou pendant son dépôt sur l'une des feuilles.

De plus l'adhésif, comme tous les autres constituants du matériau, doit être
5 sélectionné sur des critères de non toxicité compte-tenu de la destination du matériau, en s'appuyant par exemple sur la norme ISO 10993-5 relative à la caractérisation de non cytotoxicité d'un matériau.

Cet adhésif peut avoir à la fois des caractéristiques d'une colle et aussi un caractère renforçant mécaniquement pour les feuilles donc pour le matériau.

10 L'adhésif peut être déposé sur la surface de l'une des feuilles ou de chacune des feuilles.

La quantité d'adhésif déposée sera la plus faible possible mais devra assurer une liaison permanente entre les feuilles dans des conditions liées à la destination du matériau, en particulier après avoir été soumis à la stérilisation.

15 Préférentiellement la quantité d'adhésif déposée sera comprise entre 1 et 20 g/m² et plus particulièrement entre 5 et 10 g/m².

La feuille (F1) peut être une feuille obtenue par voie papetière comportant des fibres uniquement cellulosiques, éventuellement modifiées comme les fibres de rayonne issues du procédé sodique de la viscose ou des fibres de cellulose régénérées en
20 milieu solvant comme celles commercialisées sous les marques Lyocell ® ou Tencel ®, en mélange avec un agent de résistance humide et un agent de renforcement papetier ajouté en masse ou en surface comme un alcool polyvinylique, un amidon ou un polymère ajouté sous forme d'une émulsion aqueuse stable (latex) notamment les polymères acryliques ou acrylates.

25 La feuille (F1) peut être aussi une feuille obtenue par voie papetière comportant des fibres de cellulose, éventuellement modifiée comme les fibres de rayonne issues du procédé sodique de la viscose ou des fibres de cellulose régénérées en milieu solvant comme celles commercialisées sous les marques Lyocell ® ou Tencel ®, en mélange avec des fibres synthétiques, toutes ces fibres étant liées soit par thermoliage, soit par hydroliage
30 ou soit par voie chimique grâce à l'ajout en masse, ou grâce à un traitement de surface comme en presse encolleuse ou par pulvérisation, d'un agent liant utilisé habituellement en papeterie comme un alcool polyvinylique, un amidon ou un polymère ajouté sous forme d'une émulsion aqueuse stable (latex). En particulier les fibres synthétiques sont en

quantités comprises entre 5 et 95 parts en poids sec, la somme totale des fibres faisant 100 parts.

Ainsi l'invention fournit un matériau qui se caractérise par le fait que la feuille (F1) est une feuille papetière et qu'elle comporte :

- 5 - entre 5 et 100 parts en poids de fibres de cellulose, éventuellement modifiée,
- entre 0 et 95 parts en poids de fibres synthétiques, la somme des parts en fibres cellulosiques et synthétiques faisant 100,
- entre 0 et 5 % d' un agent de résistance humide, en poids sec de la composition totale de la feuille ,
- 10 - entre 0 et 40 % , en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un agent de cohésion.

Les feuilles peuvent être éventuellement crêpées, microcrêpées ou embossées à sec. Elles peuvent être colorées ou nuancées.

On peut utiliser aussi des feuilles ne comportant que des fibres synthétiques en particulier de type non-tissés, cependant on préfère celles comportant au moins en partie
15 des fibres cellulosiques car elles ont une meilleure biodégradabilité.

La feuille (F2) peut être une feuille obtenue par voie papetière comportant des fibres uniquement de cellulose, éventuellement modifiée comme les fibres de rayonne issues du procédé sodique de la viscose ou des fibres de cellulose régénérées en milieu
20 solvant comme celles commercialisées sous les marques Lyocell ® ou Tencel ®, en mélange avec un agent de résistance humide.

La feuille (F2) peut être aussi une feuille comportant les mêmes composés que les feuilles (F1) décrites ci-dessus avec de préférence comme fibres synthétiques des microfibres qui apportent un meilleur niveau en filtration microbienne.

25 En particulier l'invention fournit un matériau qui se caractérise par le fait que la feuille (F2) est une feuille papetière et qu'elle comporte :

- entre 90 et 100 parts en poids de fibres de cellulose, éventuellement modifiée,
- entre 0 et 10 parts en poids de fibres synthétiques, la somme des parts en fibres cellulosiques et synthétiques faisant 100 ;
- 30 - entre 0 et 5 % d' un agent de résistance humide, en poids sec de la composition totale de la feuille,
- entre 0 et 40 % , en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un agent de cohésion.

De préférence les fibres synthétiques sont choisies parmi les fibres d'homopolymères ou de copolymères d'oléfines, de polyester, de polyamide et leurs mélanges. Ces fibres peuvent être aussi des fibres bicomposantes ayant un cœur et une enveloppe de natures chimiques différentes et/ou de caractéristiques différentes comme par exemple leurs points de fusion. Ces fibres peuvent être des fibres coupées.

Les fibres synthétiques ont de préférence une longueur comprise entre 1 et 30 mm et par ailleurs un titre compris entre 0,4 et 5 dtex.

Selon un mode particulier de l'invention, l'agent de cohésion est aussi l'adhésif de liaison entre les feuilles (F1) et (F2).

Le matériau obtenu pourra alors être utilisé pour faire des emballages scellables destinés à la stérilisation de dispositifs médicaux selon les mises en œuvre connues dans ce domaine et par exemple comme exposées plus haut dans la description de l'art antérieur.

Ainsi l'invention fournit un emballage de stérilisation scellable pour les dispositifs médicaux devant être stérilisés qui se caractérise par le fait qu'il comporte ledit matériau d'emballage de stérilisation.

En particulier, l'invention fournit un emballage qui se caractérise par le fait que la feuille (F2) ayant la plus grande efficacité en filtration bactérienne BFE est située à l'extérieur de l'emballage.

Selon un mode particulier, l'invention fournit un emballage qui se caractérise par le fait qu'il est constitué par ledit matériau de stérilisation et un film en polymère thermoplastique imperméable aux gaz qui est scellé contre ledit matériau sur une partie de son périmètre.

Selon un autre mode particulier, l'invention fournit un emballage qui se caractérise par le fait qu'il est constitué par ledit matériau de stérilisation scellé contre lui-même ou une feuille de papier enduite d'un produit scellant comme une couche de polyéthylène extrudé ou du poly (acétate de vinyle).

Selon un autre mode particulier, l'invention fournit un emballage qui se caractérise par le fait qu'il est constitué d'un container rigide et d'un opercule formé par ledit matériau de stérilisation.

Bien que préférentiellement l'invention concerne le liage de deux feuilles, elle n'est pas limitée à l'utilisation de deux feuilles seulement, l'homme du métier saura adapter les grammages et caractéristiques des différentes feuilles selon l'enseignement général de la présente description.

L'invention sera mieux comprise à l'aide d'exemples selon l'invention non limitatifs et des exemples comparatifs décrits ci-dessous.

5 EXEMPLE 1 selon l'invention :

- Réalisation d'une feuille d'emballage (F1) :

On réalise la feuille sur une machine à papier Foudrinier.

On met en suspension en milieu aqueux des fibres de cellulose et des fibres synthétiques de polyester dans des proportions respectives de 90 parts et 10 parts en poids sec. Les fibres
10 de cellulose sont un mélange de 20 % en poids de fibres courtes et de son complément à 100 en fibres longues, les fibres étant raffinées à 25 °SR. Les fibres de polyester ont une longueur comprise entre 5 et 25 mm et un titre de 1,7 dtex. A cette suspension, on ajoute 0,26 % en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un agent de résistance humide de type PAE (polyamine epichlorhydrine) et 1 % en poids sec de la composition totale de
15 la feuille, d'un amidon cationique comme agent de cohésion interne.

On égoutte cette suspension sur la toile de la machine pour former la feuille.

On imprègne la feuille en presse encolleuse d'un agent de cohésion synthétique acrylique introduit sous forme d'une émulsion aqueuse stabilisée. Cet agent acrylique est présent à raison de 8 g/m² en poids sec.

20 On sèche la feuille vers 120 °C.

La feuille a alors un grammage de 47,4 g/m².

- Réalisation d'une feuille d'emballage (F2) :

On réalise la feuille sur une machine à papier Foudrinier.

On met en suspension en milieu aqueux des fibres de cellulose. Les fibres de cellulose sont
25 un mélange de 20 % en poids de fibres courtes et de son complément à 100 (soit 80 %) en fibres longues, les fibres étant raffinées à 25 °SR. A cette suspension, on ajoute 0,26 % en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un agent de résistance humide de type PAE (polyamine epichlorhydrine), 0,15 % en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un agent de collage de type dit AKD (dimère d'alkylcétène) et 1 % en poids sec
30 de la composition totale de la feuille, d'un amidon cationique comme agent de cohésion interne.

On égoutte cette suspension sur la toile de la machine pour former la feuille.

On imprègne la feuille en presse encolleuse d'un agent de cohésion soluble dans l'eau qui

est un amidon. Cet agent est présent à raison de 0,5 g/m² en poids sec de la composition totale de la feuille.

On sèche la feuille vers 120 °C.

La feuille a alors un grammage de 61,3 g/m².

- 5 - Contrecollage des feuilles (F1) et (F2) pour former le matériau selon l'invention :

On dépose sur la face de l'une des feuilles une colle à base de copolymères vinyliques en milieu aqueux. La colle est déposée à raison de 5,3 g/m², par un système de couchage par héliogravure à cylindre tramé. On lie les deux feuilles précédemment fabriquées par passage entre des rouleaux. On sèche la feuille vers 150°C.

- 10 On bobine le matériau obtenu.

Le grammage du matériau est de 114 g/m².

- Réalisation de l'emballage de stérilisation :

- Par héliogravure, on enduit le matériau du côté de la feuille (F1) avec une laque thermoscellante à base d'un copolymère acétate de vinyle - éthylène en milieu aqueux, à
15 raison de 4 g/m² en poids sec. On sèche le matériau enduit. On bobine.

Sur une soudeuse-découpeuse, on assemble par thermoscellage le matériau enduit et un film thermoplastique de polyéthylène de façon à former des sachets scellés sur trois côtés et un côté ouvert. Ensuite les sachets sont découpés.

- Les sachets pourront être utilisés pour stériliser des dispositifs médicaux qu'on y aura
20 introduits.

EXEMPLE 2 selon l'invention :

- Réalisation d'une feuille d'emballage (F1) :

On réalise la feuille sur une machine à papier Foudrinier.

- 25 On met en suspension en milieu aqueux des fibres de cellulose. A cette suspension, on ajoute 0,26 %, en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un agent de résistance humide de type PAE (polyamine epichlorhydrine), 0,10% en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un agent de collage de type dit AKD (dimère d'alkylcétène) et 1 %, en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un amidon cationique comme agent de
30 cohésion interne.

On égoutte cette suspension sur la toile de la machine pour former la feuille.

On imprègne la feuille en presse encolleuse d'un agent de cohésion synthétique acrylique introduit sous forme d'une émulsion aqueuse stabilisée. Cet agent acrylique est présent à raison de 8 g/m² en poids sec.

On sèche la feuille vers 120 °C.

5 La feuille a alors un grammage de 42,4 g/m².

- Réalisation d'une feuille d'emballage (F2) : on réalise la même feuille d'emballage (F2) que dans l'exemple 1.

- Contrecollage des feuilles (F1) et (F2) pour former le matériau selon l'invention :

10 On dépose sur la face de l'une des feuilles une colle à base de copolymères vinyliques en milieu aqueux. La colle est déposée à raison de 10,3 g/m², par un système de couchage par héliogravure à cylindre tramé. On lie les deux feuilles précédemment fabriquées par passage entre des rouleaux. On sèche la feuille vers 150°C.

On bobine le matériau obtenu.

Le grammage du matériau est de 114 g/m².

15 - Réalisation de l'emballage de stérilisation : on réalise un emballage comme dans l'exemple 1.

EXEMPLE 3 :

- Réalisation d'une feuille d'emballage (F1) :

20 On réalise la feuille sur une machine à papier Foudrinier.

On met en suspension en milieu aqueux des fibres de cellulose. A cette suspension, on ajoute 0,26 %, en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un agent de résistance humide de type PAE (polyamine epichlorhydrine), 0,12 % en poids sec de la composition totale de la feuille, un agent de collage de type dit AKD (dimère d'alkylcétène) et 1 %, en
25 poids sec de la composition totale de la feuille, d'un amidon cationique comme agent de cohésion interne.

On égoutte cette suspension sur la toile de la machine pour former la feuille.

On imprègne la feuille en presse encolleuse d'un agent de cohésion synthétique acrylique introduit sous forme d'une émulsion aqueuse stabilisée. Cet agent acrylique est présent à
30 raison de 4 g/m² en poids sec.

On sèche la feuille vers 120 °C.

La feuille a alors un grammage de 45,4 g/m².

On réalise un microcrêpage de la feuille en la crêpant à sec.

- Réalisation d'une feuille d'emballage (F2) : on reprend la feuille (F2) décrite à l'exemple 1.

- Contrecollage des feuilles (F1) et (F2) pour former le matériau selon l'invention :

Les feuilles (F1) et (F2) sont liées comme dans l'exemple 2 avec une quantité de 6,3 g/m² de colle déposée.

EXEMPLE 4 comparatif :

Cet exemple consiste en une feuille d'emballage de stérilisation, destinée à l'enduction par un produit scellant, qui comprend, à notre connaissance, des fibres purement cellulosiques et un haut taux de polymère introduit sous forme d'une dispersion aqueuse (latex) à la fois en masse et en surface de la feuille. Cette feuille est fabriquée et commercialisée en un grammage de 115 g/m² par la société KIMBERLY CLARK.

EXEMPLE 5 comparatif :

On réalise une feuille sur une machine à papier Foudrinier.

On met en suspension en milieu aqueux des fibres de cellulose. A cette suspension, on ajoute 0,26 %, en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un agent de résistance humide de type PAE (polyamine epichlorhydrine), 0,17 % en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un agent de collage de type dit AKD (dimère d'alkylcétène) et 1 %, en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un amidon cationique comme agent de cohésion interne.

On égoutte cette suspension sur la toile de la machine pour former la feuille.

On imprègne la feuille en presse encolleuse d'un mélange d'amidon et d'agent de collage.

Ce mélange est présent à raison de 1 g/m² en poids sec.

Son grammage est de 115 g/m².

RESULTATS :

Les mesures déterminées selon les méthodes exposées plus loin, sur les échantillons des exemples 1 et 4 et 5, sont présentées dans le tableau 1 et celles pour les exemples 2 et 3 dans le tableau 2. La perméabilité de la feuille (F1) de l'exemple 3 n'est pas donnée car cette feuille étant crêpée, elle n'est pas déterminable par la méthode BENDTSEN.

Ces résultats montrent que d'une part l'efficacité en barrière bactérienne et d'autre part la résistance mécanique globale et en particulier la résistance à l'impact ainsi que la

résistance à l'arrachage sont meilleures pour les matériaux selon l'invention que pour de simples feuilles d'emballage de stérilisation de même grammage.

En particulier, dans le tableau 1, on mentionne les caractéristiques physiques et bactériostatiques des feuilles et matériaux des exemples 1, 4 et 5, avant et après

5 stérilisation aux rayonnements gamma.

L'échantillon à tester a été soumis à une source de Cobalt 60, source de rayonnements ionisants, dits gamma. La dose de rayonnements absorbés par l'échantillon est de 50 kGy. Il est connu que les caractéristiques sont altérées par la stérilisation par rayonnements, en particulier pour les produits à base de cellulose, néanmoins, le tableau 1 montre que le

10 complexe selon l'invention conserve des caractéristiques de niveaux acceptables.

EXEMPLES 6 à 10 :

On réalise des matériaux contrecollés de grammages différents, entre 70 et 260 g/m², de la même façon que celle décrite à l'exemple 1, en utilisant des feuilles F1 et F2 ayant

15 respectivement les compositions de celles de l'exemple 1 mais de grammages variables. La quantité de la colle de contrecollage est quasi-constante et est d'environ 5,5 g/m² en sec. Les caractéristiques physiques et bactériostatiques des feuilles F1 et F2 et des matériaux F1/F2 obtenus sont données dans le tableau 3.

Ce tableau 3 montre que toutes les caractéristiques pour le matériau F1/F2 sont élevées par rapport aux caractéristiques des feuilles de bases et, en particulier, il apparaît que la

20 résistance à l'arrachage est nettement améliorée.

EXEMPLES 11 à 14 :

On réalise des matériaux contrecollés dans un grammage donné, de la même façon que

25 celle décrite à l'exemple 1, en utilisant des feuilles F1 et F2 ayant respectivement les compositions de celles de l'exemple 1 et on fait varier la quantité de la colle de contrecollage déposée entre 1,5 et 20 g/m² en sec.

Les caractéristiques physiques et bactériostatiques des feuilles F1 et F2 et des matériaux F1/F2 obtenus sont données dans le tableau 4.

Ce tableau 4 montre que toutes les caractéristiques pour le matériau F1/F2 sont élevées par rapport aux caractéristiques des feuilles de bases et, en particulier, il apparaît que la

30 résistance à l'arrachage est nettement améliorée.

METHODES DE CARACTERISATION :

Les feuilles (F1) et (F2) et les matériaux obtenus ont été caractérisés par les méthodes référencées ci-dessous.

- 5 Les mesures, sauf la BFE, ont été faites sur des échantillons conditionnés selon la norme européenne EN 20187 (équivalente à la norme ISO 187 : 1995) selon laquelle la température doit être maintenue à 23 °C et l'humidité relative à 50 %.

Les mesures sont la moyenne des mesures déterminées sur chaque face des échantillons. Le grammage est déterminé selon la norme internationale ISO 536.

- 10 La résistance moyenne à la déchirure (sens marche et sens travers) est mesurée selon la norme européenne EN 21974 et qui correspond à la norme internationale ISO 1974:1990 (méthode Elmendorf).

La résistance moyenne à l'éclatement à sec est mesurée selon la norme ISO 2758.

- 15 La résistance moyenne à l'impact par pendule est exprimée par une énergie de rupture déterminée selon la norme américaine ASTM D3420 sur un appareil de marque SPENCER, avec un pendule 800. Quand la valeur limite déterminable par le matériel est atteinte, on a mentionné dans le tableau « supérieure à ».

La perméabilité moyenne à l'air est mesurée selon la norme ISO 5636/3 (méthode Bendtsen). Cette méthode ne s'applique pas aux feuilles crêpées.

- 20 La moyenne du diamètre des pores équivalent est mesurée selon la norme anglaise BS 3321 :1986.

L'efficacité en filtration bactérienne BFE est déterminée selon la méthode publiée par l'association américaine EDANA sous la référence 180.0-89 de février 1996 .

- 25 La bonne cohésion du matériau pour avoir l'aptitude à l'ouverture aseptique (pelabilité) est déterminée par le test de résistance à l'arrachage au ruban adhésif. Ce test est effectué en appliquant un ruban adhésif ayant une largeur comprise entre 1,27 et 1,90 cm sur la face de la feuille F1 du complexe F1/F2. On scelle le ruban adhésif à 116 °C et sous une pression de 278 kPa pendant 2 secondes. On laisse refroidir puis on pèle le ruban à vitesse constante sous un angle de 180 degrés. On apprécie visuellement l'arrachage des particules sur le
- 30 ruban adhésif.

	Stérilisation Gamma	Grammage g / m ²	Eclatement kPa	Déchirure mN	Résistance à l'impact Joule	Perméabilité à l'air µm / (Pa.s)	Diamètre des pores µm	Efficacité de filtration bactérienne BFE %	Résistance à l'arrachage
Exemple 4 comparatif	Avant	115	350	824	0,39	6,8	28	97,3	notation un peu d'arrachage
	Après	109,6	303	620	0,30	7,80	25,1	97,0	pas d'arrachage
	Variation %	-4,7	-13,4	-24,8	-23,8	15,0	-10,4	-0,31	
Exemple 5 comparatif	Avant	115	570	1610	0,38	2,4	11	99,5	arrachage important
	Après	116,2	349	1000	0,32	2,30	10,6	99,3	arrachage important
	Variation %	1,0	-38,8	-37,9	-15,8	-3,0	-3,6	-0,20	
Feuille F1 de l'exemple 1	Avant	47,4	189	515	0,23	64,7	49,3	89,8	arrachage léger
	Après	49	128	380	0,14	58,0	51,6	89,0	arrachage léger
	Variation %	3,4	-32,3	-26,2	-38,3	-10,4	4,7	-0,89	
Feuille F2 de l'exemple 1	Avant	61,3	332	650	0,34	8,6	26,1	95,3	arrachage important
	Après	62	217	480	0,20	7,90	25	96,2	arrachage important
	Variation %	1,1	-34,5	-26,2	-42,4	-8,1	-4,2	0,94	
Exemple 1 Matériau F1/F2	Avant	114	609	1330	>0,60	2,4	21,4	99,5	Pas d'arache
	Après	115	414	1060	0,46	3,0	19,3	99,2	Pas d'arrachage
	Variation %	0,9	-40,5	-20,3	N.A	25,0	-9,8	-0,3	

TABLEAU I

	EXEMPLE 2			EXEMPLE 3		
	Feuille F1	Feuille F2	Matériau F1/F2	Feuille F1	Feuille F2	Matériau F1/F2
Grammage (g/m ²)	42,4	61,3	114	45,4	61,3	113
Résistance à l'éclatement (kPa)	200	331,5	480	150	331,5	405,6
Résistance à la déchirure (mN)	400	650	1250	440	650	1214
Résistance à l'impact (J)	0,21	0,34	>0,590	0,210	0,344	0,439
Perméabilité à l'air [μm/(Pa.s)]	37,7	8,6	1,58	-	8,6	3,1 (face lisse)
Diamètre des pores (μm)	36	26,1	21,9	40,4	26,1	23,9
Efficacité de filtration bactérienne "BFE" (%)	90,1	95,3	99,6	86,1	95,3	98,9
TEST de résistance à l'arrachage			Pas d'arrachage			Pas d'arrachage

TABLEAU 2

	Colle	Grammage	Eclatement	Déchirure	Résistance à l'impact	Perméabilité à l'air	Diamètre des pores	Efficacité BFE	Résistance à l'arrachage
	g/m ²	g / m ²	kPa	mN	Joule	µm / (Pa.s)	µm	%	notation
Feuille F1	-	47,4	189	515	0,23	65	49,3	66,0	N.A
Feuille F2	-	46,5	163	355	0,116	2,2	17,2	85,0	N.A
Matériau F1 / F2	1,5	9,5	412	1030	0,46	1,30	15,7	98,1	pas d'arrachage
	6	101	410	1075	0,47	1,09	9,8	99,2	pas d'arrachage
	12	107	437	1030	0,55	0,80	10,2	99,8	pas d'arrachage
	20	111	463	1040	0,51	0,30	8,3	99,9	pas d'arrachage

TABLEAU 3

	Grammage g / m ²	Eclatement kPa	Déchirure mN	Résistance à l'impact Joule	Perméabilité à l'air µm / (Pa.s)	Diamètre des pores µm	Efficacité BFE %	Résistance à l'arrachage évaluation
Feuille 1	30,0	65	341	0,084	106	164,5	34,0	arrachage de fibres
Feuille 2	34,7	106	312	0,093	40	60,7	58,0	arrachage de fibres
Matériau F1/F2	70,2	288	884	0,27	1,84	31,4	93,0	Pas d'arrachage
Feuille 1	40,9	106	416	0,122	94	80,8	61,0	arrachage de fibres
Feuille 2	44,2	168	419	0,15	16	46,9	79,0	arrachage de fibres
Matériau F1/F2	89,9	431	1132	0,38	1,73	17,1	99,6	Pas d'arrachage
Feuille 1	53,3	159	585	0,182	31	48,5	77,0	arrachage de fibres
Feuille 2	60,5	246	610	0,231	6,1	27,6	94,0	arrachage de fibres
Matériau F1/F2	119,3	561	1658	> 0,60	1,82	13,2	99,5	Peu d'arrachage
Feuille 1	82,6	298	870	0,231	9,1	30,2	93,0	arrachage de fibres
Feuille 2	95,3	458	1087	0,308	4,1	17,2	99,2	arrachage de fibres
Matériau F1/F2	183,4	935	2605	> 0,60	1,76	11,7	99,8	Très peu d'arrachage
Feuille 1	121,0	484	1505	0,441	5,3	21,8	99,3	Peu d'arrachage
Feuille 2	134,6	765	1695	0,528	3,2	12,1	99,9	Peu d'arrachage
Matériau F1/F2	260,6	1433	4691	> 0,65	1,70	11,5	99,9	Pas d'arrachage

TABLEAU 4

REVENDICATIONS

1. Matériau d'emballage de stérilisation scellable pour les dispositifs médicaux devant être stérilisés, ayant une résistance moyenne à l'éclatement supérieure ou égale à 200 kPa mesurée selon la norme ISO 2758, une résistance moyenne à la déchirure supérieure ou égale à 300 mN mesurée selon la norme européenne EN 21974, une résistance moyenne à l'impact mesurée selon la norme ASTM supérieure ou égale à 0,4J et une efficacité en filtration bactérienne BFE supérieure ou égale à 85 %, ayant un grammage compris entre 40 et 250 g/m², de préférence entre 90 et 250 g/m², mesuré selon la norme ISO 536, et qui comporte au moins deux feuilles d'emballage de stérilisation (F1) et (F2), l'une au moins étant scellable directement ou après enduction d'un produit scellant, lesdites feuilles étant liées entre elles par l'une de leurs faces de façon non réversible.

2. Matériau selon la revendication 1, caractérisé par le fait que les deux feuilles d'emballage de stérilisation (F1) et (F2) sont liées par des points de liaison tel que lesdits points de liaison soient sous forme discrète à l'interface de liaison des feuilles.

3. Matériau selon l'une des revendications 1 à 2, caractérisé par le fait les points de liaison discrets sont uniformément répartis à l'interface des feuilles.

4. Matériau selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que les feuilles (F1) et (F2) sont liées par un adhésif.

5. Matériau selon la revendication précédente, caractérisé par le fait que l'adhésif est choisi parmi les adhésifs sensibles à la pression.

6. Matériau selon l'une des revendications 4 ou 5, caractérisé par le fait que l'adhésif est choisi parmi les adhésifs fusibles à chaud, dits hot-melts.

7. Matériau selon l'une des revendications 4 ou 5, caractérisé par le fait que l'adhésif est un adhésif autoscellable, en particulier le caoutchouc naturel.

8. Matériau selon l'une des revendications 4 à 7, caractérisé par le fait que l'adhésif est un adhésif poreux.

9. Matériau selon l'une des revendications 4 à 8, caractérisé par le fait que la quantité d'adhésif déposé est comprise entre 1 et 20 g/m², de préférence entre 5 et 10 g/m².

10. Matériau selon l'une des revendication 4 à 9, caractérisé par le fait que l'adhésif est déposé par héliogravure à cylindre tramé.

11. Matériau selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé par le fait que l'une des feuilles (F1) est scellable directement ou après enduction d'un produit scellant et que l'autre feuille (F2) a une efficacité en filtration bactérienne BFE supérieure ou égale à celle de la feuille (F1) et que cette efficacité en filtration bactérienne BFE est comprise entre 80 et 100 %.

12. Matériau selon l'une des revendications 1 à 11, caractérisé par le fait que la feuille (F1) est une feuille papetière et qu'elle comporte :

- entre 5 et 100 parts en poids de fibres de cellulose, éventuellement modifiée,
- entre 0 et 95 parts en poids de fibres synthétiques, la somme des parts en fibres cellulosiques et synthétiques faisant 100 ;
- entre 0 et 5 % d' un agent de résistance humide, en poids sec de la composition totale de la feuille ,
- entre 0 et 40 % , en poids sec de la composition totale de la feuille , d'un agent de cohésion.

13. Matériau selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisé par le fait que la feuille (F2) est une feuille papetière et qu'elle comporte :

- entre 90 et 100 parts en poids de fibres de cellulose, éventuellement modifiée,
- entre 0 et 10 parts en poids de fibres synthétiques, la somme des parts en fibres cellulosiques et synthétiques faisant 100 ;
- entre 0 et 5 % d' un agent de résistance humide, en poids sec de la composition totale de la feuille,
- entre 0 et 40 % , en poids sec de la composition totale de la feuille, d'un agent de cohésion.

14. Matériau selon l'une des revendications 12 ou 13 , caractérisé par le fait que les fibres synthétiques sont choisies parmi les fibres d'homopolymères ou de copolymères de polyoléfines, de polyester, de polyamide.

15. Matériau selon l'une des revendications 12 à 14, caractérisé par le fait que les fibres synthétiques ont une longueur moyenne comprise entre 1 et 30 mm et un titre moyen compris entre 0,4 et 5 dtex.

16. Matériau selon l'une des revendications 12 ou 13, caractérisé par le fait que l'agent de cohésion est choisi parmi les amidons, les alcools polyvinyliques, les polymères acryliques ou acrylates.

17. Matériau selon l'une des revendications 12 à 16, caractérisé par le fait que l'agent de cohésion est aussi l'adhésif de liaison entre les feuilles (F1) et (F2) selon les revendications 4 à 8.

18. Matériau selon l'une des revendications 1 à 17 , caractérisé par le fait que qu'il est recouvert sur l'une de ses faces d'un adhésif scellant réparti uniformément soit en continu sur toute sa surface soit selon des motifs de grilles ou de zones.

19. Emballage de stérilisation scellable pour les dispositifs médicaux devant être stérilisés, caractérisé par le fait qu'il comporte ledit matériau de stérilisation selon l'une des revendications précédentes.

20. Emballage selon la revendication précédente caractérisé par le fait que la feuille (F2) ayant la plus grande efficacité en filtration bactérienne BFE est située à l'extérieur de l'emballage.

21. Emballage selon l'une des revendication 19 ou 20, caractérisé par le fait qu'il est constitué par ledit matériau de stérilisation selon l'une des revendications 1 à 18 et un film en polymère thermoplastique imperméable aux gaz qui est scellé contre ledit matériau sur une partie de son périmètre au moins.

22. Emballage selon l'une des revendication 19 ou 20, caractérisé par le fait qu'il est constitué par ledit matériau de stérilisation selon l'une des revendications 1 à

18 scellé contre lui-même ou une feuille de papier enduite d'un produit scellant comme une couche de polyéthylène extrudé ou du poly (acétate de vinyle).

23. Emballage selon l'une des revendication 19 ou 20, caractérisé par le fait qu'il est constitué d'un container rigide et d'un opercule formé par ledit matériau de stérilisation selon l'une des revendications 1 à 18.